

Translation

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

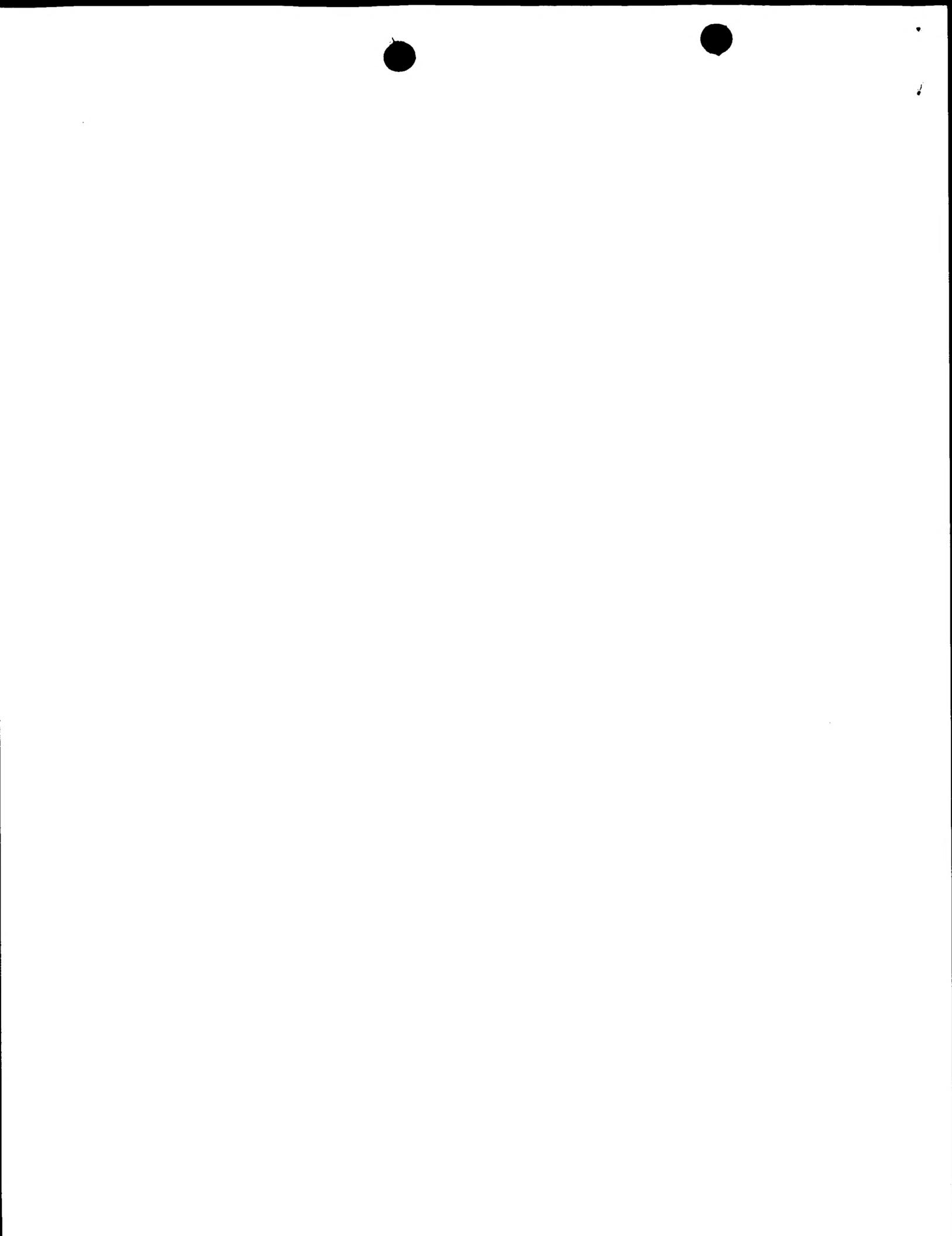
INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference P372	<b>FOR FURTHER ACTION</b> See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/RU99/00294	International filing date (day/month/year) 13 August 1999 (13.08.99)	Priority date (day/month/year)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C09K 5/06		
Applicant PROCTER & GAMBLE COMPANY		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.
  
2. This REPORT consists of a total of 3 sheets, including this cover sheet.  
 This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).  
These annexes consist of a total of \_\_\_\_\_ sheets.
  
3. This report contains indications relating to the following items:
  - I  Basis of the report
  - II  Priority
  - III  Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
  - IV  Lack of unity of invention
  - V  Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
  - VI  Certain documents cited
  - VII  Certain defects in the international application
  - VIII  Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 13 March 2001 (13.03.01)	Date of completion of this report 03 December 2001 (03.12.2001)
Name and mailing address of the IPEA/RU	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.



## INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/RU99/00294

## I. Basis of the report

## 1. With regard to the elements of the international application:\*

 the international application as originally filed the description:

pages \_\_\_\_\_, as originally filed

pages \_\_\_\_\_, filed with the demand

pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_

 the claims:

pages \_\_\_\_\_, as originally filed

pages \_\_\_\_\_, as amended (together with any statement under Article 19)

pages \_\_\_\_\_, filed with the demand

pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_

 the drawings:

pages \_\_\_\_\_, as originally filed

pages \_\_\_\_\_, filed with the demand

pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_

 the sequence listing part of the description:

pages \_\_\_\_\_, as originally filed

pages \_\_\_\_\_, filed with the demand

pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_

## 2. With regard to the language, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language \_\_\_\_\_ which is:

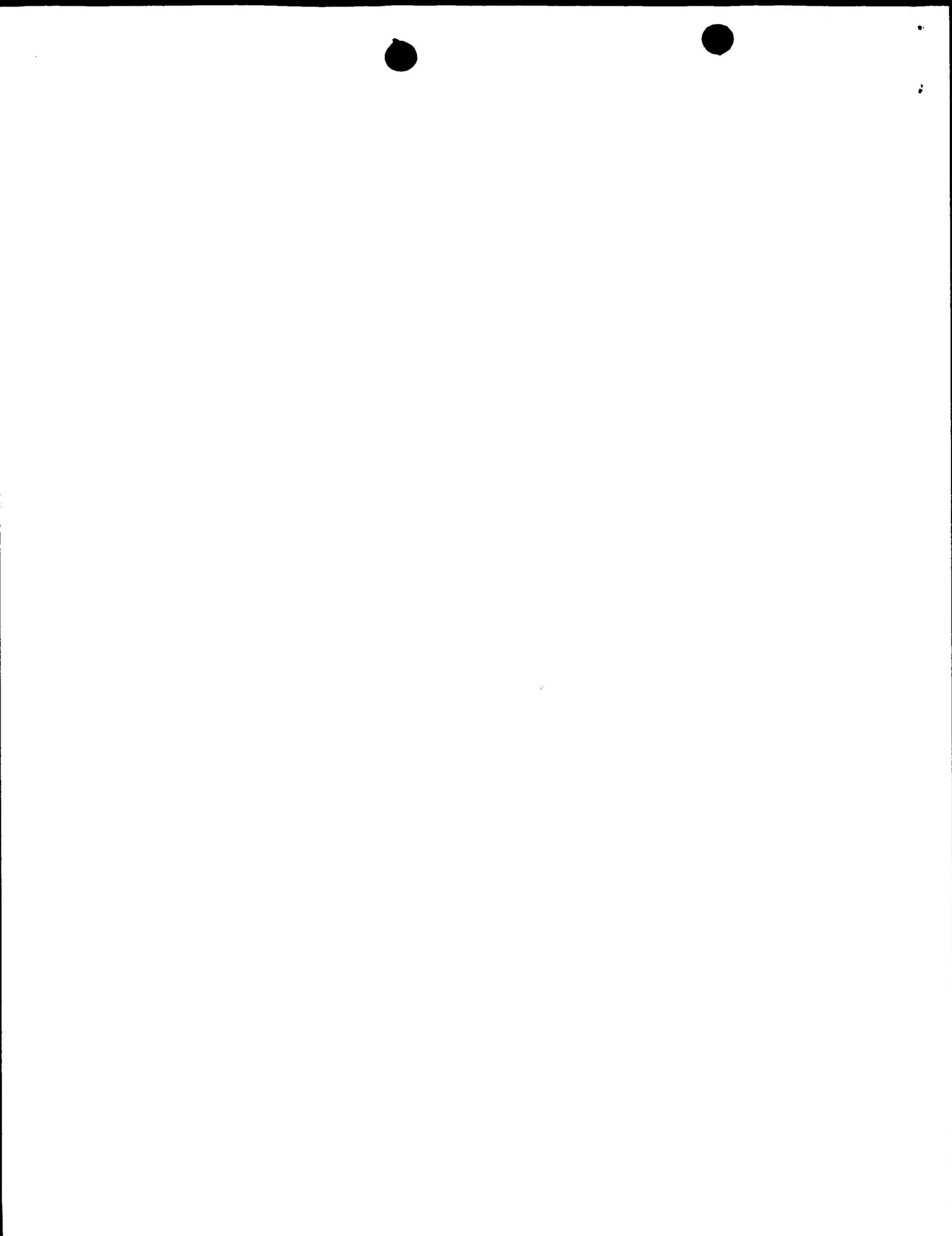
 the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)). the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)). the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

## 3. With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

 contained in the international application in written form. filed together with the international application in computer readable form. furnished subsequently to this Authority in written form. furnished subsequently to this Authority in computer readable form. The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished. The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.4.  The amendments have resulted in the cancellation of: the description, pages \_\_\_\_\_ the claims, Nos. \_\_\_\_\_ the drawings, sheets/fig. \_\_\_\_\_5.  This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).\*\*

\* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rule 70.16 and 70.17).

\*\* Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.



## INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/RU 99/00294

## V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

## 1. Statement

Novelty (N)	Claims	4, 6-10, 12	YES
	Claims	1-3, 5, 11	NO
Inventive step (IS)	Claims	4, 6-10, 12	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-12	YES
	Claims		NO

## 2. Citations and explanations

The International Preliminary Examination Report relating to Claims 1-12 of international application PCT/RU99/00294 has been drafted on the basis of the following documents cited in the Search Report:

- D1: EP-0070648 A1
- D2: EP 0062897 A1
- D3: RU 2101317 C1
- D4: RU 94038132 A2
- D5: US 4271029 A
- D6: US 4253983 A

Document D1 describes a heat accumulative material based on a mixture of urea and sodium acetate trihydrate to which is added a crystal nucleus forming material.

Document D2 describes a material for accumulating heat comprising a melt, which converts from a liquid into a crystalline form at a determined temperature releasing heat, and an additive regulating the size of the crystals size and the pH of the material on crystallisation.

Documents D3-D6 describe the prior art in general.

From D1 is known a heat accumulative material comprising a phase transition material having a phase transition temperature around 40°C, and 0.1% by weight of a crystal nucleus forming material (see page 66, lines 5-15). Thus the heat accumulative material described in



**INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT**

International application No.

PCT/RU 99/00294

Claim 1 of the invention is known from D1.

It is also known from D1 that a mixture of  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  (80% by weight) and  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  (20% by weight) (page 67, lines 5-10) and a mixture of sodium acetate trihydrate and acetamide (see pages 72-73, Example 7) can be used as a phase transition material, which undermines the novelty of Claims 3 and 5.

From document D2 is also known a heat accumulative material comprising a phase transition material and an additive in the amounts of 2 to 4% by weight (see page 4, lines 5-25).

In view of the above, it is considered that Claims 2 and 11 of the invention do not comply with the requirement of novelty.

Claims 4, 6-10 and 12 comply with the requirements of novelty, inventive step and industrial applicability.



## ДОГОВОР О ПАТЕНТНОЙ ОПЕРАЦИИ

REC'D 17 JAN 2002

PCT T/3

WIPO

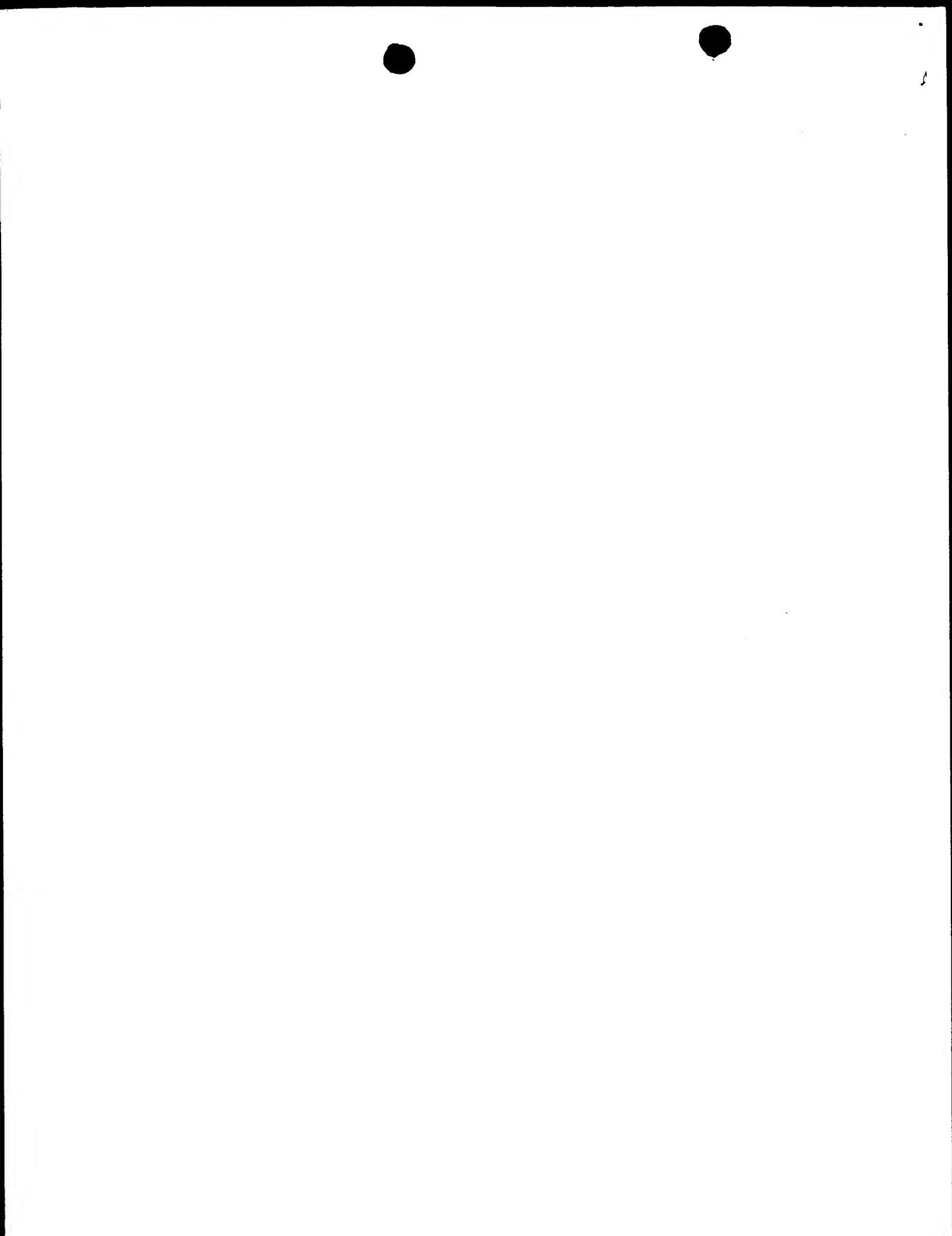
PCT

ЗАКЛЮЧЕНИЕ МЕЖДУНАРОДНОЙ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ЭКСПЕРТИЗЫ  
(статья 36 и правило 70 РСТ)

№ дела заявителя или агента: P372	Для дальнейших действий см. уведомление о пересылке заключения международной предварительной экспертизы (форма РСТ/ИПЕА/416).	
Номер международной заявки: PCT/RU 99/00294	Дата международной подачи: 13 августа 1999 (13.08.1999)	Самая ранняя дата приоритета:
Международная патентная классификация (МПК-7): C 09 K 5/06		
Заявитель: ПРОКТЕР ЭНД ГЭМБЛ КАМПЭНИ и др.		
<p>1. Данное заключение международной предварительной экспертизы подготовлено настоящим Органом международной предварительной экспертизы и направлено заявителю в соответствии со статьей 36 РСТ.</p> <p>2. Данное заключение содержит всего <u>3</u> листа, включая данный общий лист</p> <p><input type="checkbox"/> Данное заключение сопровождается также ПРИЛОЖЕНИЯМИ, т.е. листами описания, формулы и/или чертежей, которые были изменены и являются основой для данного заключения и/или листами, содержащими исправления, представленные настоящему Органу (см. Правило 70.16 и пункт 607 Административной инструкции РСТ).</p> <p>Упомянутые приложения содержат всего <u>_____</u> листов</p>		
<p>3. Данное заключение содержит информацию, относящуюся к следующим разделам</p> <p>I <input checked="" type="checkbox"/> Основа заключения</p> <p>II <input type="checkbox"/> Приоритет</p> <p>III <input type="checkbox"/> Отсутствие заключения относительно новизны, изобретательского уровня и промышленной применимости</p> <p>IV <input type="checkbox"/> Нарушение единства изобретения</p> <p>V <input checked="" type="checkbox"/> Утверждение относительно новизны, изобретательского уровня и промышленной применимости; ссылки и пояснения в обоснование утверждения (Статья 35(2))</p> <p>VI <input type="checkbox"/> Некоторые цитируемые документы</p> <p>VII <input type="checkbox"/> Некоторые дефекты международной заявки</p> <p>VIII <input type="checkbox"/> Некоторые замечания, касающиеся международной заявки</p>		

Дата представления требования: 13 марта 2001 (13.03.2001)	Дата подготовки заключения: 03 декабря 2001 (03.12.2001)
Наименование и адрес Органа международной предварительной экспертизы: Федеральный институт промышленной собственности РФ, 1239958, Москва, Г-59, ГСП-5, Бережковская наб., 30-1 Факс: 243-3337, телегон: 114818 ПОДАЧА	Уполномоченное лицо: М.Осмоловская Телефон №: (095)240-2591

Форма РСТ/ИПЕА/409 (общий лист) (июль 1998)



# ЗАКЛЮЧЕНИЕ МЕЖДУНАРОДНОЙ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ЭКСПЕРТИЗЫ

Международная заявка №  
PCT/RU 99/00294

## I. Основа заключения

### 1. Элементы международной заявки:\*

международная заявка в том виде, в котором она была подана  
 описание:

страницы \_\_\_\_\_ первоначально поданные  
страницы \_\_\_\_\_ поданные вместе с требованием,  
страницы \_\_\_\_\_ поданные с письмом от \_\_\_\_\_

формула изобретения:

страницы \_\_\_\_\_ первоначально поданные  
страницы \_\_\_\_\_ поданные (вместе с объяснениями) по Статье 19  
страницы \_\_\_\_\_ поданные вместе с требованием,  
страницы \_\_\_\_\_ поданные с письмом от \_\_\_\_\_

чертежи:

страницы \_\_\_\_\_ первоначально поданные,  
страницы \_\_\_\_\_ поданные вместе с требованием,  
страницы \_\_\_\_\_ поданные с письмом от \_\_\_\_\_

часть описания, касающаяся перечня последовательностей:

страницы \_\_\_\_\_ первоначально поданные,  
страницы \_\_\_\_\_ поданные вместе с требованием,  
страницы \_\_\_\_\_ поданные с письмом от \_\_\_\_\_

2. Все отмеченные выше элементы были поданы в настоящий Орган или представлены на языке, на котором была подана международная заявка, если иное не указано в данном пункте.

Эти элементы были в поданы в настоящий Орган или представлены на следующем языке \_\_\_\_\_  
который является:

языком перевода, представленного для целей международного поиска (Правило 23.1 (в)).  
 языком публикации международной заявки (Правило 48.3 (в)).  
 языком перевода, представленного для целей международной предварительной экспертизы  
(Правило 55.2 и/или 55.3).

3. Относительно любой **последовательности нуклеотидов и/или аминокислот**, содержащейся в международной заявке, международная предварительная экспертиза была проповедена на основе перечня последовательностей:

содержащегося в международной заявке в письменной форме.  
 поданного вместе с международной заявкой в машиночитаемой форме.  
 представленного позже в настоящий Орган в письменной форме.  
 представленного позже в настоящий Орган в машиночитаемой форме.  
 Представлено утверждение о том, что позже представленный перечень последовательностей в письменной форме не выходит за пределы раскрытого в международной заявке в том виде, в каком она была подана.  
 Представлено утверждение о том, что информация, записанная в машиночитаемой форме, идентична перечню последовательностей в письменной форме.

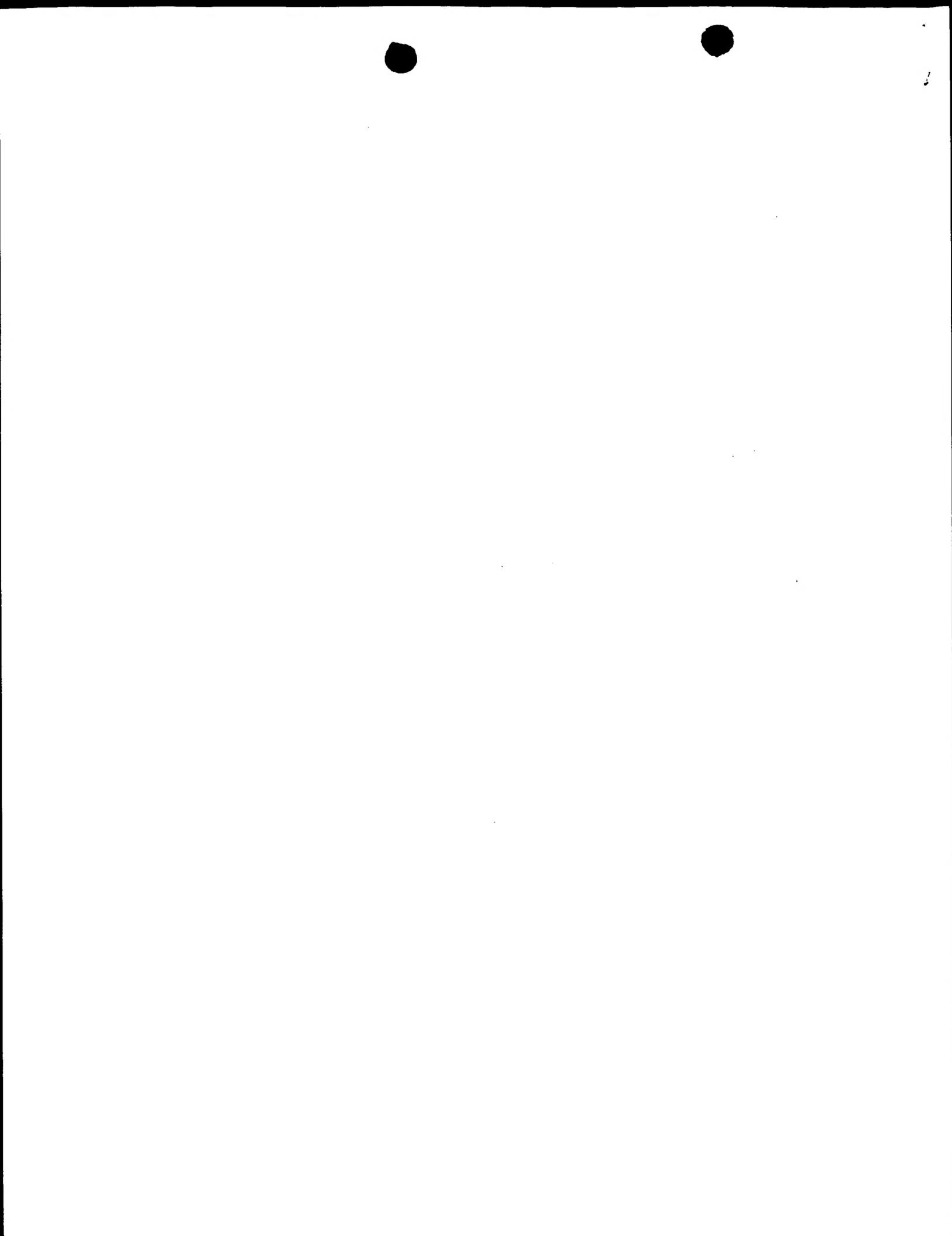
4.  Изменения привели к изъятию:

страниц описания \_\_\_\_\_  
 пунктов формулы №№ \_\_\_\_\_  
 страницы/фиг. чертежей \_\_\_\_\_

5.  Настоящее заключение составлено без учета (некоторых) изменений, так как они выходят за рамки первоначально поданных материалов заявки, как указано на дополнительном листе (Правило 70.2(с))\*\*

\* Заменяющие листы, которые были представлены в Получающее ведомство в ответ на его предложение в соответствии со Статьей 14, расцениваются в данном заключении как "первоначально поданные" и не прикладываются к заключению, поскольку они не содержат исправлений (Правило 70.16 и 70.17)

\*\* Любой заменяющий лист, содержащий такие изменения, должен быть рассмотрен в соответствии с пунктом 1 и приложен к данному заключению.



# ЗАКЛЮЧЕНИЕ МЕЖДУНАРОДНОЙ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ЭКСПЕРТИЗЫ

Международная заявка №

PCT/RU 99/00294

V. Утверждение в соответствии с Правилом 66.2(а)(ii) о том, отвечают ли пункты формулы критериям новизны (N), изобретательского уровня (IS) и промышленной применимости (IA), ссылки и пояснения, подтверждающие такое утверждение

## 1. Утверждение

Новизна (N)	Пункты	4, 6-10, 12	ДА
	Пункты	1-3, 5, 11	НЕТ
Изобретательский уровень (IS)	Пункты	4, 6-10, 12	ДА
			НЕТ
Промышленная применимость (IA)	Пункты	1-12	ДА
	Пункты		НЕТ

## 2. Ссылки и пояснения

Заключение международной предварительной экспертизы по международной заявке PCT/RU 99/00294 составлено в отношении пунктов 1-12 формулы изобретения на основании документов, указанных в отчете о поиске:

Д1 – EP 0070648 A1  
Д2 – EP 0062897 A1  
Д3 – RU 2101317 C1  
Д4 – RU 94038132 A2  
Д5 – US 4271029 A  
Д6 – US 4253983 A

Документ Д1 описывает теплоаккумулирующий материал на основе смеси мочевины и тригидрата ацетата натрия, к которой добавляют инициатор образования зародышей.

Документ Д2 описывает материал для аккумулирования тепла, содержащий расплав, который превращается из жидкости в кристаллическую форму при определенной температуре с выделением тепла и добавку, регулирующую размер кристаллов и РН материала при кристаллизации.

Документы Д3-Д6 описывают общий уровень техники.

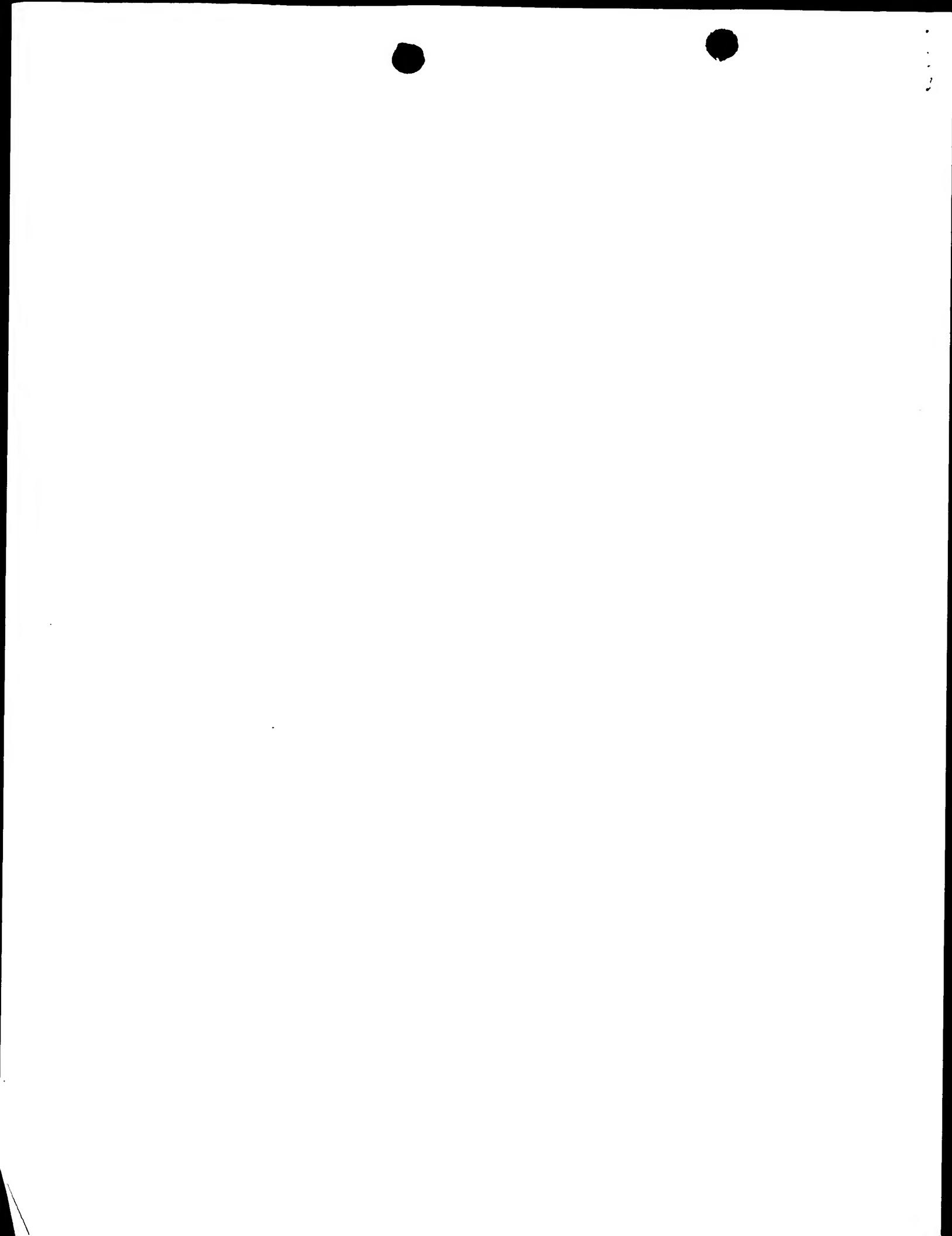
Из документа Д1 известно, что теплоаккумулирующий материал содержит фазопереходную смесь, имеющую температуру фазового перехода около 40°C и 0,1 масс.% инициатора образования зародышей (см. в. 66, строки 5-15). Таким образом, из Д1 известен теплоаккумулирующий материал, охарактеризованный в п. 1 формулы изобретения.

Так же из Д1 известно, что в качестве фазопереходного материала может быть использована смесь  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (80 масс.%) с  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ (20 масс.%) (с. 67, строки 5-10) и смесь тригидрата ацетата натрия с ацетамидом (см. с. 72-73, пример 7), что порочит новизну изобретения по п. 3, 5.

Из документа Д2 известно, что теплоаккумулирующий материал содержит фазопереходный материал и добавку, взятую в количестве от 2 до 4 масс.% (см. с. 4, строки 5-25).

В виду вышеизложенного, экспертиза считает, что п. 2, 11 заявляемого изобретения не соответствуют условию новизны.

Пункты 4, 6-10, 12 соответствуют условиям новизны, изобретательского уровня и промышленной применимости.



## PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTIFICATION OF ELECTION  
(PCT Rule 61.2)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

Commissioner  
US Department of Commerce  
United States Patent and Trademark  
Office, PCT  
2011 South Clark Place Room  
CP2/5C24  
Arlington, VA 22202  
ETATS-UNIS D'AMERIQUE  
in its capacity as elected Office

Date of mailing (day/month/year) 16 July 2001 (16.07.01)	
International application No. PCT/RU99/00294	Applicant's or agent's file reference P372
International filing date (day/month/year) 13 August 1999 (13.08.99)	Priority date (day/month/year)
Applicant DYATLOV, Valery Alexandrovich et al	

1. The designated Office is hereby notified of its election made:

in the demand filed with the International Preliminary Examining Authority on:

13 March 2001 (13.03.01)

in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

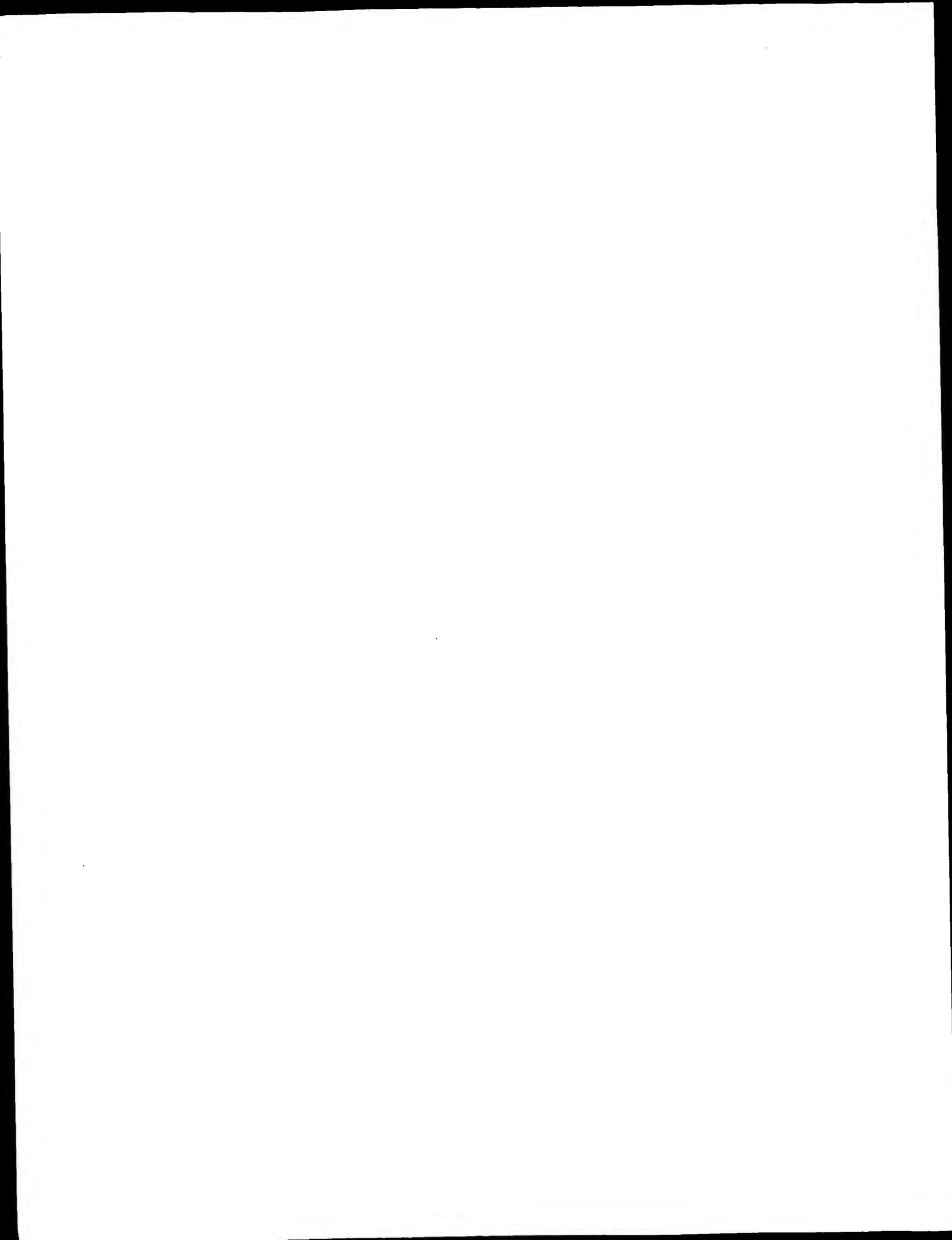
\_\_\_\_\_

2. The election  was

was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Facsimile No.: (41-22) 740.14.35	Authorized officer Beatriz LARGO Telephone No.: (41-22) 338.83.38
---	---



## (12) МЕЖДУНАРОДНАЯ ЗАЯВКА, ОПУБЛИКОВАННАЯ В СООТВЕТСТВИИ С ДОГОВОРОМ О ПАТЕНТНОЙ КООПЕРАЦИИ (PCT)

(19) ВСЕМИРНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ  
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ  
Международное бюро



(43) Дата международной публикации:  
22 февраля 2001 (22.02.2001)

PCT

(10) Номер международной публикации:  
WO 01/12748 A1

(51) Международная классификация изобретения<sup>7</sup>:  
C09K 5/06

Электросталь, ул. Мира, д. 11а, кв. 4 (RU) [NOSKOVA, Olga Anatolievna, Elektrostal (RU)]. БАЖЕНОВА Елена Владимировна [RU/RU]; 127238 Москва, Дмитровское шоссе, д. 55, кв. 33 (RU) [BAZHENOVA, Elena Vladimirovna, Moscow (RU)]. ВАСИЛЬЕВ Виктор Сергеевич [RU/RU]; 125422 Москва, ул. Тимирязевская, д. 7, кв. 73 (RU) [VASILIEV, Viktor Sergeevich, Moscow (RU)].

(21) Номер международной заявки: PCT/RU99/00294

(22) Дата международной подачи:  
13 августа 1999 (13.08.1999)

(25) Язык подачи: русский

(26) Язык публикации: русский

(71) Заявитель (для всех указанных государств, кроме (US): PROCTER & GAMBLE COMPANY [US/US]; One Procter & Gamble Plaza, Cincinnati, (US).

(72) Изобретатели; и

(75) Изобретатели/Заявители (только для (US)): ДЯТЛОВ Валерий Александрович [RU/RU]; 119034 Москва, Малый Левшинский переулок, д. 12, кв. 6 (RU) [DYATLOV, Valery Alexandrovich, Moscow (RU)]. HARTMUT, Hoehne [DE/DE]; Sulzbacher str. 40-50, D-65842 Schwalbach am Taunus (DE). ВИНОГРАДОВ Валентин Антонович [RU/RU]; 123007 Москва, Хорошевское шоссе, д. 34, кв. 38 (RU) [VINOGRADOV, Valentin Antonovich, Moscow (RU)]. КРЕНЕВ Владимир Александрович [RU/RU]; 109377 Москва, Зеленодольская ул., д. 7, корп. 2, кв. 71 (RU) [KRENEV, Vladimir Alexandrovich, Moscow (RU)]. ДРОБОТ Наталья Фёдоровна [RU/RU]; 125319 Москва, Красноармейская ул., д. 25, кв. 57 (RU) [DROBOT, Nataliya Fedorovna, Moscow (RU)]. ГАВРИЧЕВ Константина Сергеевич [RU/RU]; 117334 Москва, Ленинский проспект, д. 30, кв. 165 (RU) [GAVRICHEV, Konstantin Sergeevich, Moscow (RU)]. БАБИЕВСКАЯ Ирина Зиновьевна [RU/RU]; 117454 Москва, проспект Вернадского, д. 24а, кв. 37 (RU) [BABIEVSKAYA, Irina Zinovievna, Moscow (RU)]. НОСКОВА Ольга Анатольевна [RU/RU]; 144007 Московская обл.,

(74) Агент: ООО «ГОРОДИССКИЙ И ПАРТНЁРЫ»; 129010 Москва, ул. Б.Спасская, д. 25, строение 3 (RU) [OOO «GORODISSKY I PARTNERY», Moscow (RU)].

(81) Указанные государства (национально): AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZW.

(84) Указанные государства (регионально): ARIPO патент (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), евразийский патент (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), европейский патент (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), патент OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Опубликована

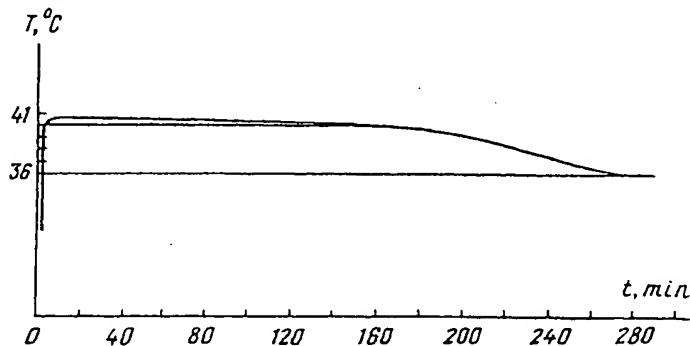
С отчётом о международном поиске.

В отношении двухбуквенных кодов, кодов языков и других сокращений см. «Пояснения к кодам и сокращениям», публикуемые в начале каждого очередного выпуска Бюллетеня PCT.

(54) Title: THERMAL STORAGE COMPOSITION

(54) Название изобретения: ТЕПЛОАККУМУЛИРУЮЩАЯ КОМПОЗИЦИЯ

(57) Abstract: The invention relates to a thermal storage composition containing a phase transition material having a range of temperatures corresponding to the liquid - solid phase transition ranging between 34 and 56 °C and a crystallization modifier represented in the following proportions, in weight percent: phase transition material 95 - 99.9; and crystallization modifier 0.1 - 5.0.





As a phase transition material, various compositions can be used having a temperatures range corresponding to the liquid - solid phase transition ranging between 34 and 56 °C, for example, mixtures of sodium acetate trihydrate and of sodium thiosulfate pentahydrate, of sodium acetate trihydrate and urea; a mixture of magnesium nitrate hexahydrate and magnesium chloride hexahydrate and of ammonium nitrate; a mixture of acetamide and potassium acetate, of ammonium nitrate and of urea; a mixture of urea and sodium bromide, of sodium isothiocyanate, of sodium iodide and of sodium nitrate. As crystallization modifier, materials such as paraffin, gum arabic and gelatin can be used as well as other organic materials having a plasticizing or gelling action.

(57) Реферат:

Предложена теплоаккумулирующая композиция, содержащая фазо-переходный материал, с интервалом температур фазового перехода жидкость - твердое, равным 34-56°C, и модификатор кристаллизации, взятые в следующем соотношении, масс%: фазо-переходный материал 95-99,9, модификатор кристаллизации 0,1-5,0. В качестве фазо-переходного материала предложены различные составы, имеющие интервал температур фазового перехода жидкость-твердое, равный 34-56°C, например, смеси тригидрата ацетата натрия и пентагидрата тиосульфата натрия, тригидрата ацетата натрия и мочевины; смесь гексагидрата нитрата магния, гексагидрата хлорида магния и нитрата аммония; смесь ацетамида и ацетата калия, нитрата аммония или мочевины; смесь мочевины и бромида натрия, изотиоцианата калия, иодида натрия и нитрата натрия. В качестве модификатора кристаллизации предложены например, парафин, гуммиарабик, желатин или другие органические вещества, обладающие пластифицирующим или желирующим свойствами.

## ТЕПЛОАККУМУЛИРУЮЩАЯ КОМПОЗИЦИЯ

## Описание

## Область изобретения

5 Изобретение относится к переохлаждаемым теплоаккумулирующим материалам со скрытой теплотой фазового перехода, которые могут использоваться, например, для обогрева частей тела человека, подогрева пищи или продуктов и для других медицинских, бытовых или хозяйственных нужд.

10

## Предшествующий уровень техники

В последнее время наблюдается повышенный интерес к разработкам и использованию теплоаккумулирующих фазо-переходных материалов и изделий на их основе. Фазо-переходные материалы, способные сохранять и выделять тепло, нашли широкое применение в строительных материалах, материалах для дорожных покрытий, контейнерах для напитков и продуктов питания, в медицинских грелках и текстильных изделиях, 20 например, в одежде.

Известны, например, фазо-переходные материалы на основе солей азотистой и азотных кислот, например, следующего состава, мас. %:

25	нитрит натрия	40
	нитрат натрия	7
	нитрат калия	53.

Приведенный состав плавится при 142°C с удельной теплотой фазового перехода 81,4 кДж/кг [Une V.W., Voznick, H.P. Molten salt as a heat transfer medium - Chemical Engin. Progress. 30 1963, Vol.59, N 5, p.35].

С целью снижения уровня рабочей температуры и повышения энергоемкости данный состав был модифицирован добавлением 35 ацетата натрия и имел следующий состав, мас. %:

нитрит натрия	39,7-41,4
нитрат натрия	50,5-52,7
ацетат натрия	5,9 - 9,8

Этот состав плавится при 124-130°C с удельной теплотой фазового перехода 126-132 кДж/кг [Авторское свидетельство СССР 1733461 А1, 1990, М.кл.<sup>5</sup> С09К/06].

5 Ацетат натрия в виде тригидрата является одним из наиболее ранних и хорошо изученных теплоаккумулирующих материалов, его пересыщенные растворы могут быть охлаждены до температуры ниже 0°C, сохраняя при этом запас скрытой энергии. Эта энергия может сохраняться длительное время без 10 деградации или самопроизвольного выделения, тогда как при инициации она может быть выделена в любой момент. Тригидрат ацетата натрия очень удобен в тех случаях, когда требуется быстро повысить температуру до 50°C.

15 На основе тригидрата ацетата натрия был предложен переохлаждаемый теплоаккумулирующий материал с желатином в качестве пластификатора следующего состава:

тригидрат ацетата натрия	97,50 - 99,95
желатин	0,05 - 2,50

20 Энергоемкость этого материала составляет 250-260 кДж/кг, количество термоциклов без снижения энергоемкости не менее 1000, а температура грелки через 20 сек после инициирования составляет 57-58°C [Патент СССР 1833404 А3, дата приоритета 06.02.90, М.кл.<sup>5</sup> С09К/06].

25 Однако при использовании известных составов для медицинских целей, например, в качестве источника тепла медицинской грелки, существует проблема, связанная со слишком высокой для пациента температурой разогрева 30 теплоаккумулирующего материала, что может приводить к ожогам, и, следовательно, не может быть использована без соответствующих средств защиты и т.д.

35 Для медицинских грелок желателен такой теплоаккумулирующий материал, который имел бы температуру фазового перехода, близкую к температуре тела человека (идеально около 36-42°C), который при инициации мог бы выделять тепло в течение длительного периода времени

(идеально от 4 часов и более), и который сохранял бы стабильность в переохлажденном состоянии при температурах от комнатной до -20°C и который сохранял бы свойства при многократном использовании.

5

Для медицинских целей, связанных с необходимостью поддержания стабильного нагрева в течение длительного времени, подходящим является теплоаккумулирующий материал, также обладающий фазовым переходом при температуре, близкой 10 к температуре человеческого тела, самокристаллизующийся, способный длительное время поддерживать заданную температуру за счет тепла кристаллизации и не теряющий своих свойств при многократном использовании.

15

Известны также композиции, содержащие гуммиарабик, парафин и т.д., однако их способность удлинять период выделения тепла никогда не обсуждалась. Напротив, было высказано предположение, что они способствуют инициации кристаллообразования (PCT/AU93/00427 и Ulman and Valentin, 20 Solar Energy Materials, Vol 9, 177-181, 1983), то есть оказывают прямо противоположное действие.

Разработка материала, отвечающего указанным выше требованиям, является задачей настоящего изобретения.

25

#### Подробное описание изобретения

30

Авторы настоящего изобретения показали, что использование модификатора кристаллизации позволяет продлить время выделения тепла теплоаккумулирующей композицией и модифицирует устойчивость состояния переохлаждения.

35

Заявители показали также, что предложенные составы обладают и таким положительным свойством, как возможность их использования многократно.

Таким образом, настоящее изобретение относится к теплоаккумулирующей композиции, содержащей фазо-переходный

материал и модификатор кристаллизации, взятые в определенном соотношении, которая имеет температуру фазового перехода жидкость-твердое, близкую к температуре тела человека.

5       Более конкретно, изобретение относится к теплоаккумулирующей композиции, содержащей фазо-переходный материал с интервалом температур фазового перехода жидкость-твердое, равным 34-56°C, и модификатор кристаллизации, взятые в следующем соотношении, мас.-%:

10	фазо-переходный материал	95-99,9
	модификатор кристаллизации	0,1-5,0

15       В качестве фазо-переходного материала могут быть использованы различные составы, имеющие интервал температур фазового перехода жидкость-твердое, равный 34-56°C, например, смеси тригидрата ацетата натрия и пентагидрата тиосульфата натрия, тригидрата ацетата натрия и мочевины; смесь гексагидрата нитрата магния, гексагидрата хлорида магния и нитрата аммония; смеси ацетамида и ацетата калия, нитрата аммония или мочевины; смеси мочевины и бромида натрия, изотиоцианата калия, иодида натрия или нитрата натрия.

20       В качестве модификатора кристаллизации может быть использован, например, парафин, гуммиарабик, желатин или другие органические вещества, обладающие пластифицирующим или желирующим свойствами.

25       В частности, в качестве фазо-переходного материала предлагается использовать смесь пентагидрата тиосульфата натрия и тригидрата ацетата натрия, взятых в следующем соотношении, масс.-%:

<chem>CH3COONa.3H2O</chem>	28-50
<chem>Na2S2O3.5H2O</chem>	50-72.

30       Примером может быть состав, содержащий 28% первого компонента и 72% второго, который отвечает эвтектике, образуемой тригидратом ацетата натрия и пентагидратом тиосульфата натрия. Плавление смеси происходит в интервале

38-56°C. По данным ДСК (дифференциальная сканирующая калориметрия) энталпия плавления составляет 201,29 Дж/г при температуре максимума 40,3°C, при охлаждении до -20°C кристаллизации не наблюдается. Интервал температур 37-41°C достигается при инициированной кристаллизации расплава массой 20-70 г. Продолжительность тепловыделения при температуре человеческого тела составляет в зависимости от массы от 50 минут до 3 часов. При комнатной температуре время тепловыделения сокращается вдвое.

10

Оптимальной добавкой является парафин. Количество добавки составляет 0,2-0,5% от массы смеси. В присутствии добавки 0,5% парафина температура разогрева смеси не отличается от чистой смеси, а продолжительность тепловыделения увеличивается вдвое. При массе смеси 50 г тепловыделение при температуре человеческого тела сохраняется в течение 5 часов. Многократное повторение циклов плавление-затвердевание в условиях разрежения < 10 мм рт.ст. не влияет на тепловые характеристики данной смеси. После 20 циклов температура разогрева массы 50 г составляет 40,5°C при продолжительности выделения тепла 5 часов, из которых в течение 3,5 часов температура превышает 39°C.

Плавление смеси, содержащей 50%  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  и 50%  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , происходит в интервале температур 37-36°C, энталпия плавления составляет, по данным ДСК 218,7 Дж/г при температуре максимума 41°C. Максимальный разогрев смеси при кристаллизации расплава массой 10-100 г составляет 40,5-47°C. Продолжительность тепловыделения зависит от температуры окружающей среды. При температуре человеческого тела тепловыделение продолжается от 1 до 3 часов для указанных выше масс. Многократное повторение циклов плавление-затвердевание в условиях разрежения ≤ 10 мм рт.ст. не влияет на тепловые характеристики данной смеси. Будучи расплавленной, смесь сохраняется в жидком виде длительное время.

Другим примером фазо-переходного материала, содержащего тригидрат ацетата натрия, являются смеси тригидрата ацетата натрия и мочевины, взятые в следующем соотношении, масс%:

CH <sub>3</sub> COONa · 3H <sub>2</sub> O	75-90
5 NH <sub>2</sub> CONH <sub>2</sub>	10-25.

Составы, состоящие из тригидрата ацетата натрия и мочевины интересны тем, что температура их разогрева при инициированной кристаллизации одной и той же массы 10 уменьшается пропорционально увеличению в них содержания мочевины. Изменяя содержание мочевины в смеси от 10 до 35% и массу от 20 до 100 г, можно получить любую температуру разогрева смеси в интервале от 32 до 50°C.

15 По данным ДСК для состава, содержащего 15% мочевины, отмечено два тепловых эффекта: с максимумом при 34,3°C и энталпийей 71,48 Дж/г, с максимумом при 49,1°C и энталпийей 91,18 Дж/г, при охлаждении до -20°C кристаллизации не наблюдается. Интервал плавления этого состава сильно 20 растянут: 30,5-60,5°C. С увеличением содержания мочевины интервал плавления несколько сужается, а величина теплового эффекта уменьшается. Продолжительность тепловыделения этих смесей практически не меняется с изменением состава и определяется массой: при массе 20-70 г продолжительность 25 действия состава 1-3 часа.

Смесь, содержащая 20% мочевины, массой 50 г, разогревается до 42°C. Оптимальной добавкой является гуммиарабик, который может вводиться как в виде порошка, так 30 и в виде раствора в воде. Количество гуммиарабика составляет 0,1-0,21% от массы смеси. В присутствии этой добавки температура максимального разогрева смеси массой 50 г при многократном термоциклировании составляет 44-45°C. Продолжительность тепловыделения составляет при температуре 35 тела человека - 3,5-4 часа, из которых приблизительно 2 часа температура держится выше 38°C.

Еще одним примером фазо-переходного материала является смесь гексагидрата нитрата магния, гексагидрата хлорида магния и нитрата аммония, взятых в следующем соотношении, мас.-%:

5	$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	30,6
	$MgCl_2 \cdot 6H_2O$	31,9
	$NH_4NO_3$	37,5.

Данный состав является тройной эвтектикой, плавящейся в интервале 42-53,5°C. По данным ДСК энталпия плавления 10 составляет 118,89 Дж/г с максимумом при 44,5°C при охлаждении до -20°C эффектов не обнаружено. При быстром охлаждении наблюдается самопроизвольная кристаллизация при 42,5°C. Разогрев смеси массой 20-60г составляет 43-45°C. Продолжительность тепловыделения составляет от 1,5 до 3,5 15 часов.

В качестве модификатора кристаллизации могут быть использованы, в частности, парафин, гуммиарабик или желатин.

20 Данная смесь может применяться для стабилизации температуры нагрева на уровне, безопасном для человеческого тела.

25 В качестве теплоаккумулирующего фазо-переходного. материала предлагается также использовать смеси на основе ацетамида, в частности:

смесь ацетамида и ацетата калия, взятых в следующем соотношении, масс.-%:

30	$CH_3CONH_2$	67
	$CH_3COOK$	33;

смесь ацетамида и мочевины, взятых в следующем соотношении, мас.-%:

$CH_3CONH_2$	65
$NH_2CONH_2$	35;

35 смесь ацетамида и нитрата аммония, взятых в следующем соотношении, мас.-%:

$CH_3CONH_2$	65
$NH_4NO_3$	35.

Последняя смесь представляет собой эвтектический состав, имеющий фазовый переход при температуре плавления 36-41°C. По данным ДСК энталпия перехода 141,28 Дж/г с максимумом при 38°C, при охлаждении выявлен эффект при -13,3°C с энталпиеей 5 77,18 Дж/г.

При быстром охлаждении на воздухе самокристаллизация происходит при 29-35°C. Скорость кристаллизации при температурах, близких к 36°C, очень мала, что обеспечивает 10 длительное, мягкое тепловыделение. Температура разогрева смеси массой 20-50 г составляет 39-43°C. Продолжительность тепловыделения массы 20-50 г при температуре 36°C составляет от 3 до 6 часов.

15 Добавкой может служить парафин. В присутствии 0,5% парафина при температуре 36,6°C выделение протекает более энергично, но менее продолжительно.

Таким образом, данный состав может быть применен для 20 стабилизации температуры нагрева на безопасном для человека уровне или в медицинском изделии, которое не должно инициироваться при комнатной температуре, а непосредственно перед применением может быть нагрето на водяной бане до 25 полного растворения смеси. После охлаждения и начала кристаллизации изделие прикладывается к нужному участку тела. Охлаждение грееки за счет большой теплоемкости происходит очень медленно, а после охлаждения ниже температуры человеческого тела начинается повторная самокристаллизация с выделением тепла.

30

В качестве фазо-переходных материалов, самокристаллизующихся в ходе охлаждения, предлагается использовать также составы, состоящие из смесей мочевины с неорганическими солями.

35

Мочевина может входить в состав фазо-переходного материала в виде смеси мочевины и бромида натрия, взятых в следующем соотношении, мас.-%:

·  $\text{NH}_2\text{CONH}_2$  69,3  
 $\text{NaBr}$  30,7;

смеси мочевины и изотиоцианата калия, взятых в следующем соотношении, мас.%:

5  $\text{NH}_2\text{CONH}_2$  53,2  
 $\text{KCNS}$  46,8;

смеси мочевины и иодида натрия, взятых в следующем соотношении, мас.%:

$\text{NH}_2\text{CONH}_2$  62,3

10  $\text{NaJ}$  37,7;

смеси мочевины и нитрата натрия, взятых в следующем соотношении, мас.%:

$\text{NH}_2\text{CONH}_2$  46,5

$\text{NH}_4\text{NO}_3$  53,5.

15

Эти смеси представляют собой эвтектики, образуемые в соответствующих системах на основе мочевины. Интервал плавления смесей 34-47°C. Смеси мочевины с бромидом натрия, нитратом натрия и тиоизоцианата калия кристаллизуются 20 самопроизвольно при охлаждении на воздухе при температурах 30-38°C. Смесь мочевины с иодидом натрия кристаллизуется по разному в зависимости от условий охлаждения: от самопроизвольной кристаллизации до переохлаждения до -20°C.

25

Данные смеси рекомендуются для применения в качестве теплоаккумулирующих материалов с целью стабилизации температуры на уровне, близком к температуре человеческого тела.

30

Заявители показали, что многократное повторение циклов плавление - затвердевание для предложенных термоаккумулирующих композиций не влияет на их тепловые характеристики, что является положительным свойством и позволяет использовать их многократно.

35

Представленные далее примеры иллюстрируют предложенное изобретение, но ни коим образом его не ограничивают.

## Экспериментальная часть

Пример 1. Состав 28%  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  + 72%  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Смесь общей массой 50 г, состоящая из 28 мас%  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  и 72%  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  тщательно измельчают и перемешивают. Вносят добавку парафина в количестве 0,5% или гуммиарабика в количестве 1-3% от массы смеси в виде мелкоизмельченного порошка и тщательно перемешивают. Полученную смесь помещают в стеклянный сосуд, снабженный 10 механическим инициатором, краном для вакуумирования сосуда и термопарой. Воздух из сосуда откачивается, затем его нагревают на водяной бане при температуре 80-90°C до полного расплавления мельчайших кристалликов смеси (не менее 30 15 минут). Расплавленную смесь охлаждают и инициируют. С помощью термопары и самописца фиксируется кривая тепловыделения смеси во времени. При инициированной кристаллизации смеси массой 20-70 г температура разогрева достигает 37-41°C. Продолжительность тепловыделения при температуре 25 человеческого тела достигает 5 часов.

20

В таблице 1, представленной далее, приведены данные о температуре и продолжительности разогрева смеси массой 50 г, сохраняющей добавки гуммиарабика и парафина. На фигурах 1 и 2 приведены кривые тепловыделения смесями с добавками 0,5% 25 парафина или 3% гуммиарабика после многократного повторения циклов плавления-кристаллизация.

30

35

Таблица 1

28%  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O} + 72\% \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ,  
температура в термостате 36,6°C, масса смеси 50 г

5	Добавка	Термоциклирование, раз	Т макс, °C	Время, ч
10	1% гуммиарабика	1	40,3	4 ч 40 мин
	3% гуммиарабика	5	40,7	5 ч 10 мин
	3% гуммиарабика	10	40,8	4 ч 30 мин
	3% гуммиарабика	15	40,7	4 ч 30 мин
15	0,5% парафина	1	40	5 ч
	0,5% парафина	5	41	4 ч 40 мин
	0,5% парафина	10	41	4 ч 30 мин
	0,5% парафина	15	40,5	5 ч 24 мин
	0,5% парафина	20	40,4	5 ч

15

Пример 2. Состав 80%  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O} + 20\% \text{CO}(\text{NH}_2)_2$

Способ приготовления смеси и определения ее тепловыделяющих характеристик аналогичен примеру 1.

Добавка 2% гуммиарабика вносится в виде 15%-ного раствора в расплав готовой смеси после охлаждения. Перед применением готовую смесь инициируют.

В таблице 2, представленной далее, приведены данные о температуре и продолжительности разогрева смеси массой 50 г в присутствии различных добавок. Кривые тепловыделения смеси в присутствии добавок парафина или гуммиарабика представлены на фигурах 3-4.

Таблица 2

80%  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O} + 20\% \text{CO}(\text{NH}_2)_2$ ,  
температура в термостате 36, 6°C,

	Добавка	Термоциклирование, раз	T макс, °C	Время, ч
5	-	-	42	2ч
	0,5% парафина	1	42	1ч 50 мин
	0,5% парафина	6	44	2ч 40 мин
	0,5% парафина	10	45	2ч 50 мин
10	0,2% гуммиарабика	1	44,5	3ч 40 мин
	0,2% гуммиарабика	6	44,5	3ч 20 мин
	0,2% гуммиарабика	11	43	3ч
	2% гуммиарабика	1	42,5	3ч
	2% гуммиарабика	5	45	3ч 50 мин
15	2% гуммиарабика	10	45,5	3ч 55 мин
	2% гуммиарабика	20	45	3ч 20 мин

Пример 3. Состав 30,6%  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 31,9\% \text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 37,5\% \text{NH}_4\text{NO}_3$ ,

20 Смесь готовят аналогично примеру 1. Готовую смесь после расплавления охлаждают на воздухе. В процессе охлаждения при температуре 40-42°C самопроизвольно начинается кристаллизация. Температура разогрева смеси массой 60 г составляет 45°C (таблица 3), продолжительность выделения 25 тепла 3,5 часа. В присутствии добавок желатина и гуммиарабика температура разогрева несколько снижается, а продолжительность увеличивается.

Таблица 3

30,6%  $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  + 31,9%  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  + 37,5%  $NH_4NO_3$ ,  
температура в термостате 36,6°C,

	Добавка	Масса, г	Т макс, °C	Время
5	-	20	43	1 ч 20 мин
	-	40	43,5	2 ч 50 мин
	-	60	45	3 ч 30 мин
10	5% желатина	20	38,5	1 ч 30 мин
	5% гуммиарабика	20	39,5	1 ч 30 мин

Данную смесь использовали в качестве термостабилизирующей подложки для тепловыделяющего Fe-содержащего состава (фиг.5). При соотношении массы подложки и греющего состава, равном 1:1, температура начала плавления 42°C практически остается постоянной и не растет при дальнейшем нагревании, а при охлаждении тепловыделение продолжается за счет тепла кристаллизации. Эта смесь позволяет поддерживать температуру нагрева 37-43°C в течение 20 7 часов (фиг. II.8). Кривая тепловыделения имеет плато.

Пример 4. Состав 65%  $CH_3CONH_2$  + 35%  $NH_4NO_3$

Способ приготовления смеси аналогичен примеру 1. Готовую смесь после расплавления охлаждают на воздухе до начала 25 самопроизвольной кристаллизации. Кривая тепловыделения смеси массой 35 г с добавкой 0,5% воска представлена на фигуре 6. Максимальная температура разогрева 40°C, продолжительность тепловыделения 4 часа, из которых более двух часов температура стабильно держится на уровне 37°C.

30 Аналогичные результаты были получены и при использовании данной смеси в качестве термостабилизирующей подложки для тепловыделяющего Fe-содержащего состава (фиг.7). При соотношении массы подложки и греющего состава, равном 1:2, температура нагрева не превышает 37°C, а продолжительность 35 нагрева на уровне > 36°C составляет 4 часа.

Пример 5. Составы 69,3%  $\text{NH}_2\text{CONH}_2$  + 30,7%  $\text{NaBr}$  и 53,2%  $\text{NH}_2\text{CONH}_2$  + 46,8%  $\text{KCNS}$

Смесь готовят аналогично примеру 1. Полученные смеси использовали в качестве термостабилизирующей подложки для 5 тепловыделяющего Fe-содержащего состава. На фиг.8 показано влияние подложки из указанных выше смесей на нагрев тепловыделяющего Fe-содержащего состава (см. фиг. 5). При 10 использовании в качестве подложки эти смеси позволяют снизить температуру разогрева до 42-44°C. Увеличение продолжительности тепловыделения достигается выделением тепла 15 при самокристаллизации в процессе охлаждения. Смесь с участием тиоцианата калия позволяет получить более равномерный нагрев, о чем свидетельствует плато на кривой тепловыделения, но масса солевой смеси при этом должна быть 20 несколько больше массы нагревательной смеси. Таким образом, эвтектики мочевины с тиоцианатом калия и бромидом натрия могут быть применены для термостабилизации температуры в интервале 40-44°C в течение 4 часов (фиг. II.12).

20 Пример 6.

Данный пример иллюстрирует влияние добавок гуммиарабика и желатина на продолжительность тепловыделения при кристаллизации теплоаккумулирующих смесей с фазовым переходом. На рис.9 представлены кривые тепловыделения 25 состава, состоящего из 28%  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  и 72%  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  без добавок и в присутствии добавок 5% гуммиарабика и 5% желатина. Кривая 1 соответствует тепловыделению смеси без добавок. Введение добавок (кривые 2,3) увеличивает продолжительность тепловыделения смесью 20 г в полтора раза. 30 На фиг.10 кривая выделения тепла смесью 85%  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  + 15%  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ , без добавок (1) сопоставлена с кривой для той же смеси в присутствии 5% желатина (2). Увеличение продолжительности тепловыделения в данном случае еще более заметно.

## ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Теплоаккумулирующая композиция, содержащая фазо-переходный материал, с интервалом температур фазового 5 перехода жидкость - твердое, равным 34-56°C, и модификатор кристаллизации, взятые в следующем соотношении, мас%:

фазо-переходный материал	95-99,9
модификатор кристаллизации	0,1-5,0.

2. Композиция по п.1, отличающаяся тем, что в качестве 10 фазо-переходного материала используют смесь тригидрата ацетата натрия и пентагидрата тиосульфата натрия, взятые в следующем соотношении, мас%:

CH <sub>3</sub> COONa · 3H <sub>2</sub> O	28-50
Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> · 5H <sub>2</sub> O	50-72.

15 3. Композиция по п.1, отличающаяся тем, что в качестве фазо-переходного материала используют смесь тригидрата ацетата натрия и мочевины, взятые в следующем соотношении, мас%:

CH <sub>3</sub> COONa · 3H <sub>2</sub> O	75-90
CO(NH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub>	10-25.

4. Композиция по п.1, отличающаяся тем, что в качестве фазо-переходного материала используют смесь гексагидрата нитрата магния, гексагидрата хлорида магния и нитрата аммония, взятые в следующем соотношении, мас%:

Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O	30,6
MgCl <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O	31,9
NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub>	37,5.

5. Композиция по п.1, отличающаяся тем, что в качестве фазо-переходного материала используют смесь ацетамида и 30 ацетата калия, взятых в следующем соотношении, мас%:

CH <sub>3</sub> CONH <sub>2</sub>	67
CH <sub>3</sub> COOK	33.

6. Композиция по п.1, отличающаяся тем, что в качестве фазо-переходного материала используют смесь ацетамида и 35 нитрата аммония, взятых в следующем соотношении, мас%:

CH <sub>3</sub> CONH <sub>2</sub>	65
NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub>	35.

7. Композиция по п.1, отличающаяся тем, что в качестве фазо-переходного материала используют смесь ацетамида и мочевины, взятых в следующем соотношении, мас%:

5	CH <sub>3</sub> CONH <sub>2</sub>	65
	NH <sub>2</sub> CONH <sub>2</sub>	35.

8. Композиция по п.1, отличающаяся тем, что в качестве фазо-переходного материала используют смесь мочевины и бромида натрия, взятые в следующем соотношении, мас%:

10	NH <sub>2</sub> CONH <sub>2</sub>	69,3
	NaBr	30,7.

9. Композиция по п.1, отличающаяся тем, что в качестве фазо-переходного материала используют смесь мочевины и изотиоцианата калия, взятые в следующем соотношении, мас%:

15	NH <sub>2</sub> CONH <sub>2</sub>	53,2
	KCNS	46,8.

10. Композиция по п.1, отличающаяся тем, что в качестве фазо-переходного материала используют смесь мочевины и иодида натрия, взятые в следующем соотношении, мас%:

20	NH <sub>2</sub> CONH <sub>2</sub>	62,3
	NaJ	37,7.

11. Композиция по п.1, отличающаяся тем, что в качестве фазо-переходного материала используют смесь мочевины и нитрата натрия, взятые в следующем соотношении, мас%:

25	NH <sub>2</sub> CONH <sub>2</sub>	46,5
	NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub>	53,5.

12. Композиция по п.1, отличающаяся тем, что в качестве модификатора кристаллизации используют парафин, гуммиарабик, желатин, воск и другие органические продукты, обладающие желирующими или пластифицирующим свойствами.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.  
PCT/RU 99/00294

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7: C09K 5/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7: C09K 5/06

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
	EP 0070648 A1 (MATSUSHITA ELECTRIC INDUSTRIAL CO.LTD) 26 January 1983 (26.01.83)	
X	page 68, example 1; page 66, lines 5-15	1
X	page 67, lines 5-10	3
X	page 2, lines 15-18; pages 72-73, example 7	5
	EP 0062897 A1 (KAY LABORATORIES INC.) 20 October 1982 (20.10.82)	
X	Page 4, lines 5-25; page 12, lines 15-25; figure 1	1
X	Page 7, lines 20-25	2,11
A	The whole document	4,6-10
A	RU 2101317 C1 (VOLGOGRADSKY GOSUDARSTVENNY TEKHNICHESKY UNIVERSITET) 10 January 1998 (10.01.98)	1
A	RU 94038132 A1 (KOMPANYA KRYM-AFGAN-MARKET) 10 January 1996 (10.01.98)	1
A	US 4271029 A (THE DOW CHEMICAL COMPANY) 2 June 1981 (02.06.81)	1,4
A	US 4253983 A (MARIE J.M.P BLANIE) 3 March 1981 (03.03.81)	1

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

### \* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"&" document member of the same patent family

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

Date of the actual completion of the international search  
9 March 2000 (09.03.00)

Date of mailing of the international search report  
25 March 2000 (25.03.00)

Name and mailing address of the ISA/RU

Authorized officer

Telephone No.

## ОТЧЕТ О МЕЖДУНАРОДНОМ ПОИСКЕ

Международная заявка №  
PCT/RU 99/00294

## С. (Продолжение), ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ

Категория	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
A	US 4271029 A (THE DOW CHEMICAL COMPANY) Jun. 2, 1981	1, 4
A	US 4253983 A (MARIE J.M.P. BLANIE) Mar. 3, 1981	1

**ОТЧЕТ О МЕЖДУНАРОДНОМ ПОИСКЕ**

Международная заявка №

PCT/RU 99/00294

**А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:**

C09K 5/06

Согласно международной патентной классификации (МПК-7)

**В. ОБЛАСТИ ПОИСКА:**

Проверенный минимум документации (система классификации и индексы) МПК-7:

C09K 5/06

Другая проверенная документация в той мере, в какой она включена в поисковые подборки:

Электронная база данных, использовавшаяся при поиске (название базы и, если, возможно, поисковые термины):

**С. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ:**

Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
X	EP 0070648 A1 (MATSUSHITA ELECTRIC INDUSTRIAL CO. LTD) 26.01.83 стр. 68, пример 1; стр. 66, строки 5-15	1
X	стр. 67, строки 5-10	3
X	стр. 2, строки 15-18; стр. 72-73, пример 7	5
X	EP 0062897 A1 (KAY LABORATORIES INC.) 20.10.82 стр. 4, строки 5-25; стр. 12, строки 15-25; фиг. 1	1
X	стр. 7, строки 20-25	2, 11
A	весь документ	4, 6-10
A	RU 2101317 C1 (ВОЛГОГРАДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ) 10.01.98	1
A	RU 94038132 A1 (КОМПАНИЯ КРЫМ-АФГАН-МАРКЕТ) 10.10.96	1

 **Следующие документы указаны в продолжении графы С.** **данные о патентах-аналогах указаны в приложении**

\* Особые категории ссылочных документов:

A документ, определяющий общий уровень техники

T более поздний документ, опубликованный после даты

приоритета и приведенный для понимания изобретения

E более ранний документ, но опубликованный на дату  
международной подачи или после нееX документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету  
поиска, порочащий новизну и изобретательский уровеньO документ, относящийся к устному раскрытию, экспони-  
рованию и т.д.Y документ, порочащий изобретательский уровень в соче-  
тании с одним или несколькими документами той жеP документ, опубликованный до даты международной по-  
дачи, но после даты испрашиваемого приоритета  
и т.д.категории  
& документ, являющийся патентом-аналогом"Р" документ, опубликованный до даты международной подачи,  
но после даты испрашиваемого приоритета

"&amp;" документ, являющийся патентом-аналогом

Дата действительного завершения международного  
поиска: 09 марта 2000 (09.03.2000)Дата отправки настоящего отчета о международном поиске:  
25 марта 2000 (25.03.2000)Наменование и адрес Международного поискового органа:  
Федеральный институт промышленной  
собственности

Уполномоченное лицо:

Россия, 121858, Москва, Бережковская наб., 30-1

М.Оスマловская

Факс: 243-3337, телегтайп: 114818 ПОДАЧА

Телефон № (095)240-25-91

# ОТЧЕТ О МЕЖДУНАРОДНОМ ПОИСКЕ

Международная заявка №

PCT/RU 99/00294

## С. (Продолжение), ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ

Категория	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
A	US 4271029 A (THE DOW CHEMICAL COMPANY) Jun. 2, 1981	1, 4
A	US 4253983 A (MARIE J.M.P. BLANIE) Mar. 3, 1981	1